

ATP004 透射电子显微技术 考核及培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会 全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

文件编号: ATP004/A:2024-1

发布日期: 2024年5月1日

1 总则

1.1 目标

了解各种透射电子显微分析技术基本概念及基础理论知识;熟悉透射电子显微镜主体及附件的组成、结构及工作原理;具备透射电子显微镜的实际操作能力; 掌握透射电子显微分析技术在相关领域的应用。

1.2 适用范围

本大纲适用于金属及无机非金属材料的分析技术的考核与培训。

1.3 应具备通用基础知识

1.3.1 通用基础

具备所从事的学科(或行业)(如材料、物理、地质、化学、化工等)的基础 知识,了解透射电子显微技术的基本知识。

1.3.2 分析测试基本操作和相关知识

具备实验室一般仪器和设备的操作能力。具备电子光学原理、真空技术、电 子学线路、高压线路的基本知识。

1.3.3 图象和数据处理基础知识

具备图像处理、数据统计和误差理论的基础知识。

1.3.4 电离辐射防护基础知识

具备电离辐射及防护的基础知识。

2 技术要求

2.1 ATP-004-1 透射电镜分析技术基础与通则

2.1.1 术语及概念

掌握透射电子显微学的基本概念和相关的技术用语

(1) 电子束的产生及基本性质

电子束的产生, 散射与衍射, 电子的粒子性与波动性

(2) 晶体学基础知识

晶面、晶轴、晶面夹角,晶带、晶带定律、晶系、倒易空间、正空间、点群、 空间群等

(3) 电子束与物质的相互作用的基本知识

弹性散射与非弹性散射,散射截面,原子散射与结构因子,电子束的损伤效应

(4) 衍射的概念

布拉格方程

(5) 完整晶体和不完整晶体

晶体缺陷

2.1.2 基本原理

掌握透射电子显微镜分析技术基本概念及电子显微图像形成的原理

- (1) 透射电子显微像的成像原理
- (2) 透射电子显微原理和技术
- 1) 电子衍射分析
- a. 倒易点阵原理和晶带定律:
- b.电子衍射方程和衍射花样的强度:
- c.电子衍射花样标定的原理。
- 2) 衍射衬度像成像技术
- a. 衍射衬度的运动学理论;
- b. 衍射衬度动力学理论简介:
- c. 运动学理论的应用;
- d. 弱束成像技术:
- e. 罗伦兹电子显微成像技术。
- 3) 分析电子显微技术
- a. 电子与物质的相互作用:
- b. X-射线能谱分析方法:
- c. 电子能量损失谱分析方法。
- 4) 高分辨电子显微技术
- a. 高分辨电子显微像的成像原理:
- b. 高分辨电子显微像成像条件的设定。
- 5) 高压电子显微分析技术
- a. 高压电子显微镜的特点和主要应用;
- b. 高压电镜的特有成像技术。

2.1.3 透射电子显微技术的试样制备方法

掌握透射电子显微技术所需的样品处理基本方法及特点。

- (1) 从大块实际材料制备成薄片试样的方法:
- (2) 透射电镜薄膜试样的最终减薄方法。

2.2 ATP-004-2 透射电镜仪器设备与操作

2.2.1 仪器的基本构成

掌握透射电子显微镜的基本构成、其各个系统和部件的主要用途及特点:

(1) 透射电子显微镜的基本构成

电子枪, 磁透镜与极靴, 光阑, 真空泵与电源

(2) 照明系统

电子枪的类型,平行束与会聚束,聚光镜系统的组成,电子束倾斜与平移, 聚光镜的像差

(3) 物镜系统

物镜及物镜光阑的作用, 物镜像差

(4) 中间镜与投影镜系统

选区光阑的位置及用途, 衍射镜像差

(5) 成像系统

底片系统, CCD 的工作原理及维护

(6) 真空与电源系统

真空系统的组成及要求

2.2.2 仪器操作

2.2.2.1 透射电镜的一般操作步骤

掌握所用仪器设备的操作技术;包括开机和关机,仪器状态的判断,电子光路合轴,CCD 相机(或底片系统)的操作,仪器软件使用,操作安全规范及注意事项。

2.2.2.2 透射电镜-能谱仪(TEM-EDS)操作步骤

掌握能谱分析模式所需要的电镜条件,准确判断正常的谱峰峰形,会甄别各 类伪峰(包括系统干扰峰)。

*2.2.2.3 透射扫描 (STEM) 操作步骤

掌握电子枪的平移、倾斜,共心高度调节,聚光镜光阑对中及调节,Ronchigram 聚光镜象散调节等。

*2.2.2.4 能量损失谱(EELS)和能量过滤(EF)操作步骤

掌握能量过滤系统的对中(包括电子束中心与 GIF 中心对中, GIF 的对中), 入口光阑的选择,零损失峰校准,相对厚度的测量等。

2.2.3 仪器校准与检定

了解所用仪器的校准与检定规程、定期核查等项要求,掌握所用仪器的日常 校准方法。

2.2.4 仪器的维护

掌握仪器各个系统和部件的日常维护,常见故障的初步判断与分析。

2.2.5 安全操作

掌握实验室安全操作规范,了解射线防护的基本知识。

2.2.6 考核方式

- 2.2.6.1 书面考核
- 2.2.6.2 实际操作考核

2.3 ATP 001 透射电子显微技术标准方法与应用技术

2.3.1 金属材料领域标准方法与应用技术

2.3.1.1 透射电子显微技术的应用领域和基本要求

了解透射电子显微检验技术在金属材料检测方面的应用范围、基本要求与特点。 2.3.1.2 试样处理方法与操作要点

掌握常用金属材料(如碳素结构钢、合金结构钢、铝合金、镁合金、铜合金和 钛合金等)样品制备的过程和方法,仪器设备等的操作和注意事项。

2.3.1.3 试验方法和检验方法的适用范围与要点

掌握透射电子显微检验方法在常用金属材料测试领域的具体运用,相关标准、方法的原理与适用范围,具体取样和制样要求,具体操作步骤和要点,检测中应注意的问题。

2.3.2 无机非金属材料领域标准方法与应用技术

2.3.2.1 透射电子显微技术的应用领域和基本要求

了解透射电子显微检验技术在无机非金属材料检测方面的应用范围、基本要求 与特点。

2.3.2.2 试样处理方法与操作要点

掌握常用无机非金属材料样品制备的过程和方法, 仪器设备等的操作和注意事项。

2.3.2.3 试验方法和检验方法的适用范围与要点

掌握透射电子显微检验方法在常用无机非金属材料测试领域的具体运用,相关标准、方法的原理与适用范围,具体取样和制样要求,具体操作步骤和要点,检测中应注意的问题。

2.4 ATP 004-4 透射电镜的数据和谱图处理

2.4.1 电子衍射分析

- (1) 单晶、多晶与非晶电子衍射花样的识别和标定
- 已知物相电子衍射花样的标定、未知物相电子衍射花样的标定,晶体带轴的确定。
 - (2) 复杂电子衍射花样的识别和标定
 - 孪晶、长周期和菊池线衍射花样的产生、识别和标定。
 - (3) 会聚束电子衍射分析
 - HOLZ 线的指标化及其应用,晶体学点群的测定。
 - (4) 晶体取向关系的确定
 - 磁转角校正, 取向关系分析。
 - (5) 电子衍射分析中的一些注意事项

电子衍射的 180°不唯一性,识别二次衍射或多次衍射造成的衍射。

2.4.2 谱图处理

- (1) X 射线能谱(TEM-EDS) 谱图
- 各类伪峰的识别,包括系统干扰峰,重叠峰的识别。
- *(2) 电子能量损失谱(EELS) 谱图 多重散射效应的扣除, 化学位移, 近边精细结构, 广延精细结构。

2.4.3 考核方式

书面考核。

3 考核实施说明

3.1 考核试题范围

根据学科及仪器的侧重点不同,考核范围有所不同:

A级:包括本大纲规定项下所有内容;

B级: 本大纲规定中除*号项目下的内容:

C级:本大纲规定中除*号项目下的内容和与能谱(TEM-EDS)有关的相关内容。

3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分

3.3 书面考核

3.3.1 书面考核内容

- (1) 基础知识、概念:
- (2) 仪器设备与操作原理:
- (3) 标准测试方法与应用:
- (4) 图像处理和数据计算:
- (5) 样品制备基本原则。
- 3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、填空题和问答题。

- 3.3.3 书面考核为开卷考试
- 3.3.4 书面考核总分 100 分制, 85 分为及格分数

3.4 实际操作考核

- 3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分。
- 3.4.2 仪器设备实际操作考核
 - (1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定;
 - (2) 仪器设备实际操作考核评分等级: 通过, 不通过。
- 3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法

- (1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放。
- (2) 考生在实验室独立测试,填写完整的原始记录和报告单,报出结果。
- (3) 实际样品考核成绩的等级: 通过. 不通过。
- 1) 考核的样品如为有指定值的样品,将报出结果与指定值比较,由考核教师根据要求判定;
 - 2) 其他样品由考核教师根据要求判定。
- 3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样品考核综合判定:两项均通过的为通过,其中任何一项未通过则为不通过。
- 3.5 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》, 违反者将取消考核资格和成绩。